

Reg

13 MAY 2003

10/534625  
PCT/JP03/25987

日 本 国 特 許 庁

JAPAN PATENT OFFICE

14.05.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年12月 3日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-350704

[ST.10/C]:

[JP2002-350704]

出 願 人

Applicant(s):

株式会社日鉱マテリアルズ

REC'D 04 JUL 2003

WIPO

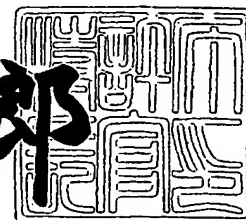
PCT

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 6月20日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3048368

BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 TU141202A1

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C30B 25/18  
C30B 29/40

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県戸田市新曽南3丁目17番35号 株式会社日鉱  
マテリアルズ 戸田工場内

【氏名】 中村 正志

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株式会社日鉱  
マテリアルズ 磯原工場内

【氏名】 栗田 英樹

【特許出願人】

【識別番号】 591007860

【氏名又は名称】 株式会社 日鉱マテリアルズ

【代理人】

【識別番号】 100090033

【弁理士】

【氏名又は名称】 荒船 博司

【電話番号】 03-3269-2611

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 027188

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9909538

【プルーフの要否】

要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 エピタキシャル成長方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 成長用基板を基板支持具により保持し、有機金属気相成長法により前記成長用基板上に3元素または4元素からなる化合物半導体層を形成するエピタキシャル成長方法において、

基板の有効利用領域全体にわたって、(100)方向からの傾斜角度が $0.00^{\circ} \sim 0.03^{\circ}$ 、または $0.04^{\circ} \sim 0.24^{\circ}$ となるように研磨し、該成長用基板を用いて基板上に前記化合物半導体層を $0.5 \mu\text{m}$ 以上の厚さで形成することを特徴とするエピタキシャル成長方法。

【請求項2】 前記化合物半導体層は、前記成長用基板上に、バッファ層を介して形成されることを特徴とする請求項1に記載のエピタキシャル成長方法。

【請求項3】 前記化合物半導体層は、少なくともAsを含むIII-V族系化合物半導体層であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載のエピタキシャル成長方法。

【請求項4】 前記化合物半導体層は、InGaAs層あるいはInAlAs層であることを特徴とする請求項3に記載のエピタキシャル成長方法。

【請求項5】 前記成長用基板は、転位密度が $5000 \text{ cm}^{-2}$ 以下の半導体結晶基板であることを特徴とする請求項3または請求項4に記載のエピタキシャル成長方法。

【請求項6】 前記成長用基板は、InP基板であることを特徴とする請求項5に記載のエピタキシャル成長方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機金属気相成長法により半導体基板上に化合物半導体層を形成するエピタキシャル成長方法に関し、特に、化合物半導体層の表面モロロジーを改善する技術に関する。

【従来の技術】

従来、発光素子や受光素子等の半導体素子の用途には、InP基板上にInGaAs層、AlGaAs層、InAlAs層、InAlGaAs層、InGaAsP層等の3元系或いは4元系のIII-V族化合物半導体層と、InP層を順次エピタキシャル成長させた半導体ウェハが広く用いられている。この半導体ウェハのエピタキシャル層は、例えば、有機金属気相成長法（以下、MOCVD法と称する）により形成される。

#### 【0002】

しかし、MOCVD法により上述したIII-V族化合物半導体層をエピタキシャル成長させた場合、エピタキシャル層の表面にヒロック状の欠陥が発生してしまい、表面モホロジーが劣化するという問題があった。そこで、エピタキシャル層の表面モホロジーを改善するための種々の技術が提案された。

#### 【0003】

例えば、特許文献1では、成長膜の表面に生じる涙状欠陥（ヒロック状欠陥と同義）を低減させるために、エピタキシャル成長させる際の基板の面方位を規定するようにしている。具体的には、エピタキシャル層を成長させる際の成長温度および成長速度に基づいて、使用する化合物半導体単結晶基板の面方位を規定することにより、涙状欠陥の発生を効果的に低減している。

また、特許文献1と同様の内容が非特許文献1に開示されている。

#### 【0004】

##### 【特許文献1】

特許第2750331号

##### 【非特許文献1】

M.Nakamura et. al. :Journal of Crystal Growth 129(1993) P456-464

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記先願技術により、InP基板上にInGaAs層、AlGaAs層、AlInAs層、AlInGaAs層等のIII-V族化合物半導体層を成長させた場合、エピタキシャル成長層の表面にヒロック状欠陥とは異なる異常な荒れたモホロジー（以下、異常表面モホロジーと称する）が観察される場

合があった（図 1 参照）。

#### 【0006】

本発明は、上記問題点を解決するためになされたもので、InP 基板上に InGaAs 層、AlGaAs 層、AlInAs 層、AlInGaAs 層等の III-V 族化合物半導体層を成長させる過程において、異常表面モホロジーが発生するのを効果的に防止できるエピタキシャル成長方法を提供することを目的とする。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

以下に本発明を完成するに至った経緯について簡単に説明する。

まず、本発明者らは、上記先願技術により InP 基板上に InGaAs 層を成長させた半導体ウェハについて、その表面モホロジーを調査した。その結果、 $0.5\mu\text{m}$  より薄く InGaAs 層を成長させたときには図 1 に示すような異常表面モホロジーまったく観察されず、 $0.5\mu\text{m}$  より厚く InGaAs 層を成長させたときのみ異常表面モホロジーが観察された。

#### 【0008】

また、異常表面モホロジーは、図 2 (a) に示すように基板のエッジに沿って発生する場合や、図 2 (b) のように基板の半分程度に発生する場合等があり、その発生箇所は使用する基板によって異なることがわかった。そして、本発明者等は、基板全域にわたって面方位はわずかにばらついているのが一般的であり、そのために前述のように基板によって異常表面モホロジーの発生状況（発生箇所）が異なったのではないかと推論した。

#### 【0009】

このような推論に基づいてさらに調べてみたところ、この異常表面モホロジーは、ある特定の面方位を有する部分、例えば (100) 面から  $0.03^\circ \sim 0.04^\circ$  傾斜した部分に集中して発生していることが判明した。つまり、上述した異常表面モホロジーは、基板の転位位置に発生するヒロック状欠陥とは発生メカニズムが本質的に異なり、基板の転位とは無関係に基板の面方位のみに依存して発生していた。

## 【0 0 1 0】

以上のことから、InP単結晶等の成長用基板上にInGaAs層等のIII-V族化合物半導体層を0.5  $\mu$ m以上の厚さでエピタキシャル成長させる場合、基板全域にわたって特定の面方位にならない基板を使用することにより、異常表面モホロジーの発生を防止できるという知見を得た。

## 【0 0 1 1】

本発明は、上記知見に基づいてなされたものであり、成長用基板を基板支持具により保持し、有機金属気相成長法により前記半導体基板上に3元素または4元素からなる化合物半導体層を成長させるエピタキシャル成長方法において、基板の有効利用領域全体にわたって、(1 0 0)方向からの傾斜角度が0.00°～0.03°、または0.04°～0.24°となるように研磨し、該成長用基板を用いて基板上に前記化合物半導体層を0.5  $\mu$ m以上の厚さで形成することを特徴とする。つまり、(1 0 0)面からの傾斜角度が0.03°～0.04°であると異常表面モホロジーが発生するため、このような面方位となる部分のない基板を用いるようにした。

ここで、有効利用領域とは、基板に鏡面加工を施した際に最外周部に生じる縁だれ部分（基板外周から約3 mm）を除いた中央部分を指す。

## 【0 0 1 2】

なお、上記非特許文献1にも示されているように、傾斜角度が0.24°以上の場合には化合物半導体層の表面にステップ状の別の異常モホロジーが発生するために、傾斜角度の上限を0.24°とした。

これにより、MOCVD法を用いて半導体基板上に化合物半導体層をエピタキシャル成長させる際、化合物半導体層の厚さを0.5  $\mu$ m以上にしても異常表面モホロジーが発生するのを効果的に防止することができる。

## 【0 0 1 3】

また、前記化合物半導体層は、前記成長用基板上にバッファ層を介して形成するようにしてもよい。これにより、結晶品質の優れた化合物半導体層をエピタキシャル成長させることができる。

## 【0 0 1 4】

また、前記成長用基板上に、少なくともAsを含むIII-V族化合物半導体層を成長させる場合に有効である。特に、前記化合物半導体層がInGaAs層あるいはInAlAs層である場合に好適である。

#### 【0015】

また、上記非特許文献1では、傾斜角度が $0.00^{\circ} \sim 0.03^{\circ}$ の場合にはヒロック状欠陥が発生するとされているが、前述のようにヒロック状欠陥の発生は有転位結晶でのみ起こるので、転位密度の十分に低い、または無転位の結晶基板を用いることで、ヒロック状欠陥の発生は防ぐことができる。具体的には、転位密度が $5000\text{ cm}^{-2}$ 以下の半導体結晶基板を用いるのが望ましい。

#### 【0016】

例えば、前記III-V族化合物半導体層をエピタキシャル成長させる場合、硫黄ドーピングのInP基板を用いるのが望ましい。

#### 【0017】

#### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の好適な実施の形態を図面に基づいて説明する。

はじめに、本発明を適用する成長用基板を得るため、液体封止チョクラルスキー法 (Liquid Encapsulated Czochralski; LEC) により(100)方向に成長させたInP単結晶を製作した。このとき、ドーパントとして、各々硫黄、スズ、鉄を用いることで転位密度の異なる複数のInP単結晶を得た。なお、それぞれのInP単結晶の転位密度は、 $500\text{ cm}^{-2}$ 以下(硫黄ドーブ)、 $5000\text{ cm}^{-2}$ (スズドーブ)、 $20000\text{ cm}^{-2}$ (鉄ドーブ)であった。

そして、それぞれのInP単結晶を直径2インチの円柱状に加工し、表面が(100)面から $0.00^{\circ} \sim 0.30^{\circ}$ 傾斜するようにスライシングして、InP基板を切り出した。

#### 【0018】

次に、これらの基板上に有機金属気相成長法によりエピタキシャル層を形成し、図3に示す積層構造の半導体ウェハを作製した。具体的には、InP基板10上に、厚さ $0.5\text{ }\mu\text{m}$ のInPバッファ層11を形成し、その上に厚さ $0.3 \sim 2.5\text{ }\mu\text{m}$ のInGaAs層12を形成し、さらに厚さ $0.5\text{ }\mu\text{m}$ のInP層1



3を順次エピタキシャル成長させた。

なお、エピタキシャル成長において、成長温度は640℃、成長圧力は50 torr、総ガス流量は60 l/minとした。また、InGaAs層12の成長速度は1.0 μm/h、InP層11、13の成長速度は2.0 μm/hとした。

# 【0019】

得られた半導体ウェハについて、顕微鏡によりInP層13の表面のモホロジーを観察し、異常表面モホロジー（図1）、ヒロック状欠陥、ステップ状欠陥の発生状況を調べた。

観察結果の一例を表1に示す。

# 【0020】

【表1】

No.	ドーパント	転位密度 (cm <sup>-2</sup> )	傾斜角度 (°)	InGaAs 膜厚(μm)	異常 モホロジー	ヒロック状 欠陥	ステップ状 欠陥
1	硫黄	<500	0.000	2.5	無	無	無
2	硫黄	<500	0.025	2.5	無	無	無
3	硫黄	<500	0.032	0.3	無	無	無
4	硫黄	<500	0.032	0.45	無	無	無
5	硫黄	<500	0.032	1.0	有	無	無
6	硫黄	<500	0.032	2.5	有	無	無
7	硫黄	<500	0.035	2.5	有	無	無
8	硫黄	<500	0.070	2.5	無	無	無
9	硫黄	<500	0.100	2.5	無	無	無
10	硫黄	<500	0.150	2.5	無	無	無
11	硫黄	<500	0.200	2.5	無	無	無
12	硫黄	<500	0.300	2.5	無	無	有
13	スズ	5000	0.000	2.5	無	有	無
14	スズ	5000	0.020	2.5	無	有	無
15	スズ	5000	0.035	2.5	有	有	無
16	スズ	5000	0.070	2.5	無	無	無
17	スズ	5000	0.100	2.5	無	無	無
18	スズ	5000	0.150	2.5	無	無	無
19	スズ	5000	0.200	2.5	無	無	無
20	鉄	20000	0.020	2.5	無	有	無
21	鉄	20000	0.028	2.5	無	有	無
22	鉄	20000	0.035	0.3	無	有	無
23	鉄	20000	0.035	0.45	無	有	無
24	鉄	20000	0.035	1.0	有	有	無
25	鉄	20000	0.035	2.5	有	有	無
26	鉄	20000	0.100	2.5	無	無	無
27	鉄	20000	0.150	2.5	無	無	無
28	鉄	20000	0.200	2.5	無	無	無

## 【0 0 2 1】

この結果、InGaAs層の厚さが $0.5\mu\text{m}$ より薄いエピタキシャル膜では、使用する基板の転位密度、面方位にかかわらず異常モホロジーは観察されなかった（試料3, 4, 22, 23）。

## 【0 0 2 2】

一方、 $0.5\mu\text{m}$ より厚いInGaAs層を成長した場合、ドーパントの種類や転位密度にかかわらず、何れの基板においても(100)面からの傾斜角度が $0.035^\circ$ 、 $0.037^\circ$ の場合に異常表面モホロジーが観察された（試料5～7, 15, 24, 25）。ただし、 $0.5\mu\text{m}$ より厚いInGaAs層を成長した場合でも、(100)面からの傾斜角度が $0.035^\circ$ 、 $0.037^\circ$ 以外の場合には異常表面モホロジーは観察されなかった（試料1, 2, 8～14, 16～21, 26～28）。

## 【0 0 2 3】

また、ヒロック状欠陥に関しては、上記特許文献1、非特許文献1等示されているように、有転位結晶と認められるスズドーパInP基板、鉄ドーパInP基板において、(100)からの傾斜角度が $0.00^\circ \sim 0.05^\circ$ の場合に観察された（試料13～15, 20～25）。

また、ステップ状欠陥に関しては、上記非特許文献1に示されているように、傾斜角度 $0.30^\circ$ 以上の場合に観察された（試料12）。

## 【0 0 2 4】

このように、InGaAs層を $0.5\mu\text{m}$ 以上の厚さでエピタキシャル成長させる場合、(100)面からの傾斜角度が $0.00 \sim 0.03^\circ$ または $0.04^\circ$ 以上である基板を用いることで、異常表面モホロジーの発生を防止できた。また、転位密度が $5000\text{cm}^{-2}$ 以下の基板を用いることでヒロック状欠陥の発生を防止でき、(100)面からの傾斜角度を $0.25^\circ$ 以下とすることでステップ状欠陥の発生を防止することができた。

## 【0 0 2 5】

本発明はInP基板上にInGaAs層をエピタキシャル成長させた例について説明したが、InP基板上に、少なくともAsを含む3元素または4元素から

なるⅢⅤ族化合物半導体層（例えばAlGaAs層、AlInAs層、AlInGaAs層）を厚さ0.5μm以上でエピタキシャル成長させる場合にも同様に適用できる。また、経験的に、成長用基板はInP基板に限定されず、ⅢⅤ族化合物半導体層、さらには成長させようとする化合物半導体層と格子定数の差が小さな結晶基板を用いることで、3元素または4元素からなる化合物半導体層を厚さ0.5μm以上でエピタキシャル成長させる場合においても適用できる可能性がある。

#### 【0026】

##### 【発明の効果】

本発明によれば、成長用基板を基板支持具により保持し、有機金属気相成長法により前記半導体基板上に3元素または4元素からなる化合物半導体層を成長させるエピタキシャル成長方法において、基板の有効利用領域全体にわたって、（100）方向からの傾斜角度が0.00°～0.03°、または0.04°～0.24°となるように研磨し、該成長用基板を用いて基板上に前記化合物半導体層を0.5μm以上の厚さで形成するようにしたので、形成された化合物半導体層に異常表面モホロジーが発生するのを効果的に防止することができるという効果を奏する。

#### 【0027】

特に、少なくともAsを含むⅢⅤ族系化合物半導体層、例えば、InGaAs層あるいはInAlAs層をInP基板上にエピタキシャル成長させる場合に効果的である。

#### 【0028】

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

エピタキシャル層の表面に発生した異常モホロジーの顕微鏡写真である。

##### 【図2】

エピタキシャル層表面の異常モホロジー発生位置について示した説明図である。

##### 【図3】

本実施形態の半導体ウェハにおける積層構造について示した概略図である。

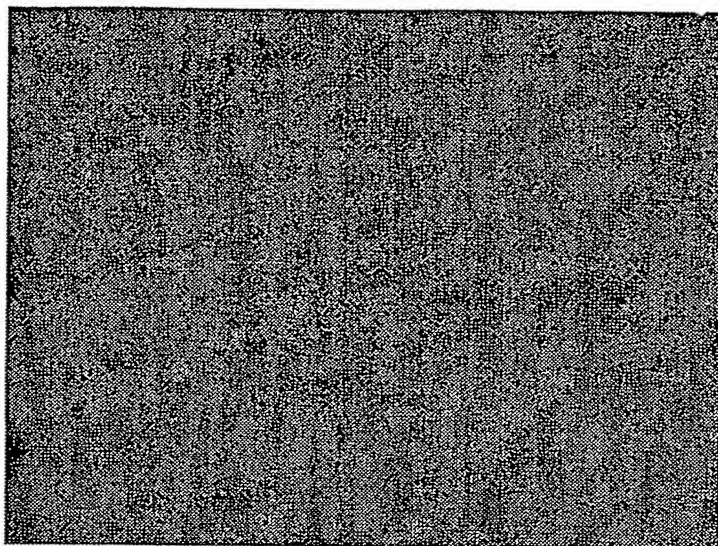
【符号の説明】

- 1 0    I n P 基板
- 1 1    I n P バッファ層
- 1 2    I n G a A s 層
- 1 3    I n P 層

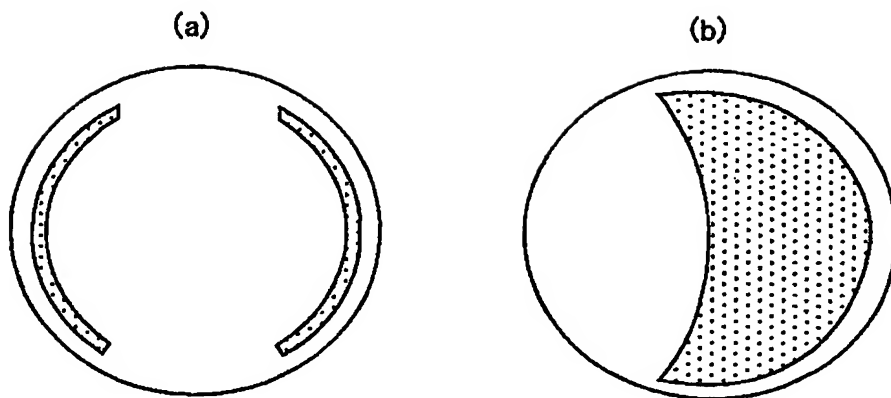
【書類名】

図面

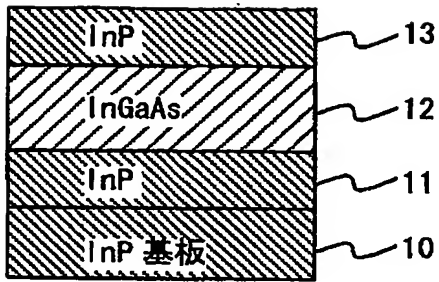
【図 1】



【図 2】



【图 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 InP 基板上に InGaAs 層、AlGaAs 層、AlInAs 層、AlInGaAs 層等の III-V 族化合物半導体層を成長させる過程において、異常表面モロロジーが発生するのを効果的に防止できるエピタキシャル成長方法を提供する。

【解決手段】 成長用基板 (10) を基板支持具により保持し、有機金属気相成長法により前記半導体基板上に 3 元素または 4 元素からなる化合物半導体層 (12) を成長させるエピタキシャル成長方法において、基板の有効利用領域全体にわたって、(100) 方向からの傾斜角度が  $0.00^{\circ} \sim 0.03^{\circ}$ 、または  $0.04^{\circ} \sim 0.24^{\circ}$  となるように研磨し、該成長用基板を用いて基板上に前記化合物半導体層を  $0.5 \mu\text{m}$  以上の厚さで形成するようにした。

【選択図】 図 3

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-350704
受付番号	50201826704
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年12月 4日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年12月 3日
-------	-------------



出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [591007860]

1. 変更年月日	1999年 8月 2日
[変更理由]	名称変更
住 所	東京都港区虎ノ門2丁目10番1号
氏 名	株式会社日鉱マテリアルズ